



E-29

CONCURSO PÚBLICO 2014 - EDITAL Nº 342/2013

MÉDICO VETERINÁRIO
ANÁLISE DE RESÍDUOS EM ALIMENTOS

PROVA PRÁTICA/DISCURSIVA

Leia com atenção as Instruções

1. Você recebeu do fiscal um **caderno de respostas da prova prática/discursiva** e este **caderno de questões**.
2. É sua responsabilidade verificar se o nome do cargo informado neste **caderno de questões** corresponde ao nome do cargo informado em seu **caderno de respostas**.
3. Você dispõe de **4 (quatro)** horas para realizar a prova, incluindo a escrita no **caderno de respostas**.
4. Somente depois de decorrida uma hora do início da prova o candidato poderá entregar o seu **caderno de respostas** e retirar-se da sala de prova (Edital 342/2013).
5. Somente será permitido levar seu **caderno de questões** faltando uma hora para o término estabelecido para o fim da prova (Edital 342/2013).
6. Após o término de sua prova, entregue obrigatoriamente o seu **caderno de respostas** ao fiscal.
7. É terminantemente vedado copiar respostas, em qualquer fase do concurso público (Edital 342/2013).
8. Os 3 (três) últimos candidatos de cada sala somente poderão ser liberados juntos (Edital 342/2013).
9. Se você precisar de algum esclarecimento, consulte o fiscal.

Somente após autorização para o início da prova:

1. Verifique, neste **caderno de questões**, se a numeração das questões e a paginação estão corretas.
2. Verifique, no **caderno de respostas**, se existem espaços suficientes para a transcrição das respostas de todas as **questões** existentes neste **caderno de questões**.

Cronograma Previsto - Prova Prática/Discursiva

Divulgação do resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Disponibilização da imagem do caderno de respostas da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Interposição de recurso contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	05 e 06/05/2014
Divulgação do resultado do julgamento dos recursos contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014
Divulgação do resultado final da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014

QUESTÃO 1

Tetraciclina são antibióticos usados na medicina veterinária para o controle de doenças, porém o uso inadequado dessas substâncias pode resultar na presença de resíduos em tecidos animais destinados ao consumo humano. Devido à preocupação com a qualidade dos alimentos, a ANVISA, em 2003, estabeleceu o Limite Máximo de Resíduo (LMR) de 100 ng/g para as tetraciclina. O método a seguir foi desenvolvido e validado para análise dessas substâncias utilizando cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas seqüencial, utilizando ionização do tipo *electrospray* (ES/II) (CL-EM/EM).

Preparo da amostra

Foram preparadas soluções estoque dos padrões de tetraciclina com concentração final de 1,0 mg/mL (cada solução) e soluções de trabalho a partir das soluções estoque:

1,0 g de amostra (músculo de frango) homogeneizada foi transferida para tubo de centrífuga, fortificada com solução de trabalho e adicionado padrão interno. Após mistura e repouso por 30 minutos a temperatura ambiente, foram adicionados 4,0 mL de solução tampão. Após mistura vigorosa e centrifugação, o sobrenadante foi separado. Essa etapa foi realizada duas vezes e os sobrenadantes combinados. Foram adicionados 4 mL de n-pentano, misturado vigorosamente, centrifugado e a fase aquosa foi separada, a qual foi transferida para um cartucho de extração em fase sólida (EFS) com sorbente C18 (previamente condicionado) e realizado o procedimento. Para a eluição dos analitos, foi utilizada uma solução mistura de acetato de etila e metanol. Após a extração, o solvente foi removido sob fluxo de nitrogênio utilizando um banho a 40°C. O resíduo foi ressuscitado em 100 µL de fase móvel e 10 µL dessa solução final foram injetados no equipamento CL-EM/EM o qual estava com uma coluna cromatográfica C18 (100 mm x 2,0 mm e 5 µm de diâmetro interno).

As condições utilizadas no sistema foram:

Espectrômetro de massas: agulha 5000 V, *shield* 600 V, *housing* 50°C, voltagem do capilar 50 V e voltagem do detector 1500 V. Nitrogênio ultra-puro foi utilizado como gás nebulizador e gás secante a 19 psi e 360°C. Argônio ultra-puro foi utilizado como gás de colisão a 2,0 mTorr. Foi operado em modo de monitoramento seletivo de reação.

Cromatógrafo: Foi utilizado modo gradiente de eluição onde o solvente A foi água ultra-pura (Milli-Q) e B acetonitrila (ambos com 0,1 % de ácido fórmico) e fluxo de 0,3 mL/min.

Dentre os resultados obtidos, tem-se a média da recuperação (%) descrita na tabela a seguir:

Nível (ng/g)	TC	CTC	DC	OTC
50	95,47	94,81	99,51	93,53
100	101,36	89,38	92,92	90,48
150	106,27	99,23	102,99	95,05

Onde:

TC = tetraciclina

CTC = clorotetraciclina

DC = doxiciclina

OTC = oxitetraciclina

Pergunta-se:

Item A) A fortificação da amostra poderia ter sido realizada utilizando as soluções estoque? Justifique.

Item B) Qual a finalidade do solvente n-pentano utilizado durante o preparo da amostra?

Item C) Qual a finalidade do gás secante?

Item D) Era realmente necessário utilizar o gás de colisão?

Item E) Foi adequada a escolha dos níveis para o critério de validação, recuperação? Justifique sua resposta.

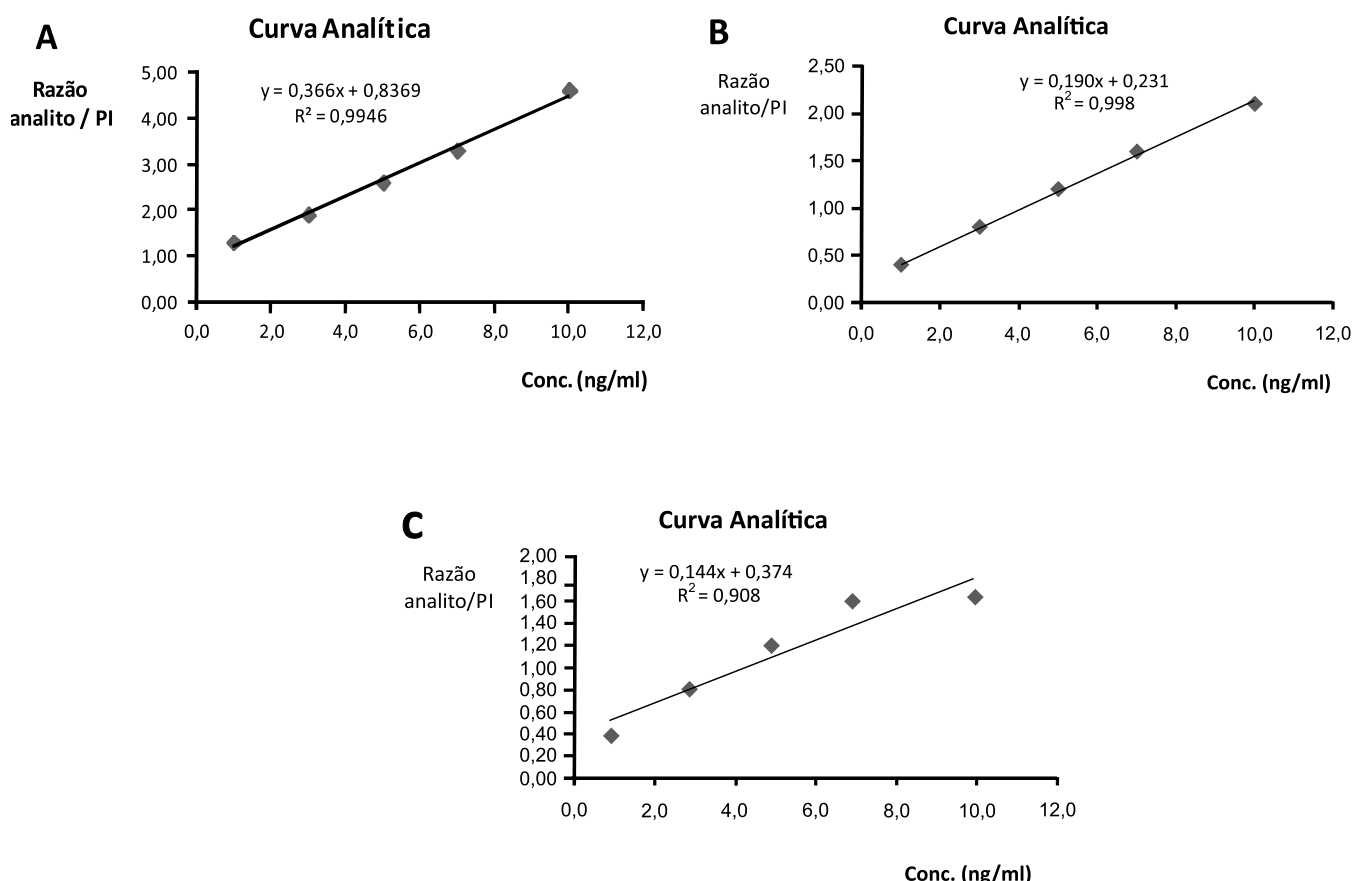
Item F) Os resultados obtidos para a recuperação estão aceitáveis? Justifique sua resposta.

QUESTÃO 2

Um agente dopante hipotético “X” é o principal alvo analítico para quantificação quando presente na análise das urinas dos atletas. Tal análise é realizada através da CL-EM-EM, com uma coluna C18 de 1,8µm X 2,1 mm X 50 mm. Para determinar, quantitativamente, a concentração de “X” na urina do atleta, o primeiro passo é a construção de uma curva analítica de “X”, com utilização de padrão interno deuterado (“X-D₃”). A amostra foi preparada em triplicata. A área do analito “X” na amostra e a área do PI (“X-D₃”) encontram-se na tabela abaixo.

Replicatas	Analito (área)	Padrão interno (área)
Replicata 1	16764	12693
Replicata 2	16015	11948
Replicata 3	16128	12277

As curvas analíticas obtidas são apresentadas a seguir:



De acordo com o exposto, responda:

Item A) Qual dos três gráficos apresentados é o mais adequado para proceder com a quantificação? Explique sua resposta. Qual a concentração em ng/mL do analito “X” na urina?

Item B) É possível utilizar qualquer um dos três gráficos para proceder com a quantificação? Explique detalhadamente sua resposta.

Item C) Um analista trabalha com uma fase móvel contendo uma mistura de tampão fosfato de sódio monobásico monohidratado e metanol. Quais são os cuidados necessários no preparo de 1 L de fase móvel contendo uma mistura de tampão fosfato de sódio monobásico monohidratado 0,10mol.L⁻¹ e metanol na proporção (60:40)? Descreva detalhadamente a preparação desta fase.

Item D) Quais são os cuidados necessários com o equipamento cromatográfico quando se utiliza fase móvel contendo a mistura de tampão fosfato 10mM e metanol na proporção (40:60)?

Item E) Como deve ser realizada a preparação de uma fase móvel metanol / água (30:70)? Quais os materiais de laboratório seriam utilizados? Justifique sua resposta.



UFRJ